

⑯公開特許公報(A) 昭62-103569

⑮Int.Cl.

G 01 N 30/60
B 01 D 15/08

識別記号

厅内整理番号

⑯公開 昭和62年(1987)5月14日

7621-2G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭発明の名称 ガスクロマトグラフィー用カラム

⑯特願 昭60-244749

⑯出願 昭60(1985)10月31日

⑯発明者 小島 盛昭 東京都江東区木場1丁目5番1号 藤倉電線株式会社内

⑯発明者 谷川原 進二 東京都江東区木場1丁目5番1号 藤倉電線株式会社内

⑯発明者 坂谷 益司 東京都江東区木場1丁目5番1号 藤倉電線株式会社内

⑯発明者 益子 耕一 東京都江東区木場1丁目5番1号 藤倉電線株式会社内

⑯発明者 松本 秀一 東京都品川区西五反田2丁目11番20号 (五反田藤倉ビル) 藤倉電線株式会社本社事務所内

⑯出願人 藤倉電線株式会社 東京都江東区木場1丁目5番1号

⑯代理人 弁理士 豊田 武久 外1名

明細書

1. 発明の名称

ガスクロマトグラフィー用カラム

2. 特許請求の範囲

キャリヤガスと共に試料を流通させる分離管が形成された基板の内部に、毛細管圧力を生じさせるに充分な細い狭幅部を内部に有しあつ凝縮・蒸発を行なって循環流動することにより熱輸送を行なう凝縮性流体のみが封入された密閉空洞部を形成してなることを特徴とするガスクロマトグラフィー用カラム。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

この発明は、ガスクロマトグラフィーで用いるカラムに関するものである。

従来の技術

ガスクロマトグラフィーは、流量を一定に保つたキャリヤガスに試料を注入し、その試料を加熱気化させるとともに分離管に送り込み、分離管を通過する間に試料の各成分をその性質の差異に

基づく移動速度の差異によって分離し、検出器によって各成分を検出する方法である。したがってこの方法では、試料中の各成分の移動速度に乱れが生じることを避け、分析精度を高めるために、分離管を恒温槽内に配置するなど、分離管を備えたラム全体を均一かつ一定温度に維持する必要がある。

ところでその分離管は、試料が通過する間に各成分に分離する長さを有していればよいのであって、その径は極めて小さくてよく、そのためガスクロマトグラフィー用のカラムとして、最近では、シリコンウエハーにエッチングの手法によって溝を掘り、かつその上からガラス板を接着することにより、シリコンウエハーに毛細管状の分離管を形成したものが作られるようになってきている。

発明が解決しようとする問題点

シリコンウエハーを基板とした前記のカラムにあっては、直徑10cm前後あるいはそれ以下の大きさのシリコンウエハーに、分離のために充分な長さの分離管を形成することができる。しかしな

がらその程度の大きさのカラムであっても、局部的に温度差が生じることを完全には回避できず、特に分析開始当初においてはその傾向が顕著であり、その結果、分析精度が低下したり、分析値が安定するまでに時間がかかったりするなどの問題があった。

この発明は上記の事情に鑑みてなされたもので、全体を均一温度に維持し、したがって精度の良い分析を行なうことのできるガスクロマトグラフィー用カラムを提供することを目的とするものである。

問題点を解決するための手段

この発明は、上記の目的を達成するために、キャリヤーガスと共に試料を流通させる分離管が形成された基板の内部に、毛細管圧力を生じさせるに充分な細い狭幅部を内部に有しつつ凝縮・蒸発を行なって循環流動することにより熱輸送を行なう凝縮性流体のみが封入された密閉空洞部を形成したことを特徴とするものである。

作用

以下、この発明の実施例を添附の図面を参照して説明する。

第1図は表側の蓋板を取り外した状態でのこの発明の一実施例を示す正面図であり、第2図はそのⅡ-Ⅱ線矢視拡大断面図であって、ここに示すカラムはシリコンウエハーを基板1とし、その表面に分離管2を形成したものである。すなちわ分離管2は、基板1の表面に細溝を刻設するとともに、その表面側に例えばガラス板からなる表面蓋3を接着することにより形成されており、その分離管2は必要長さを狭い範囲で確保するために、中間部が図に示すように渦巻状とされ、また端部は流入口4および流出口5とするために表面側に開口している。なお、このような分離管2の所定箇所に試料の注入部や成分の検出部を適宜に設けてよいことは勿論である。

上記の基板1の裏面側には、多数の三角形断面の密閉空洞部6が形成されている。この密閉空洞部6はヒートパイプとして作用するものであって、第3図に示すように、前記基板1の裏面にV溝を

この発明のカラムにおいて、局部的な入熱あるいは発熱があった場合、その入熱箇所もしくは発熱箇所に最も近い密閉空洞部内で凝縮性流体の蒸発が生じる。また入熱もしくは発熱が局部的であれば、密閉空洞部にも温度差が生じ、したがって凝縮性流体蒸気は温度が低いことにより圧力の低い箇所へ流れ、しかる後放熱し、凝縮液化する。すなわち凝縮性流体がその潜熱として熱輸送を行なう。さらに蒸発の生じる箇所では液量が少なくなるから、放熱して凝縮液化した凝縮性流体は狭幅部において生じる毛細管圧力によって元の箇所へ還流する。したがって凝縮性流体が蒸発・凝縮を繰返し行なって密閉空洞部内を循環流動し、潜熱として熱輸送を行なうから、密閉空洞部がヒートパイプとなり、その結果、この発明のカラムでは温度差を解消するよう自動的に熱の移動が生じ、全体が均温化される。そのため分離管内を流れる試料の移動速度に熱による乱れが生じず、精度の良い分析が可能となる。

実施例

刻設するとともに、その開口部をガラス製もしくはシリコン製の裏面蓋7によって密閉し、かつその内部に、空気等の非凝縮性ガスを真空排気した状態で水等の凝縮性流体8のみを封入した構成とされている。そして密閉空洞部6のコーナ部が液相の凝縮性流体8を還流させるための毛細管圧力を生じさせる狭幅部9となっている。

ここで上記のカラムの製造方法の一例を簡単に説明すると、まず単結晶シリコン板（シリコンウエハー）を用意し、その表面に酸化層を形成した後、光硬化性樹脂（フォトレジスト）を塗布し、所定のパターンのフォトマスクを用いて紫外線に露光させ、ついで必要部分の樹脂を溶剤で除去するとともに、その部分の酸化層を除去し、その後他の部分の樹脂を溶剤で除去する。こうして酸化層の一部に穴を開けた後、シリコンを溶かす異方性エッチング用試薬によって分離管2用の細溝を刻み込む。ここで、異方性エッチング用試薬とは、結晶の空隙格子中での異なる方向における腐食割合が相違する特殊な酸の混合液である。そしてシ

リコンウェハーの表面から酸化層を除去した後に、細溝の開口部にシリコン製もしくはガラス製薄板等の蓋板を陽極処理接着法等の適当な方法によって取付けて細溝を密閉し、分離管2とする。またシリコンウェハーの裏面にV溝を前述の場合と同様にして刻設するとともに、裏面蓋7を接着し、密閉空洞部6とする。このような接合を行なうにあたって、非凝縮性気体を排気することと併せて、凝縮性流体8を封入することは勿論である。

したがって上記の構成のカラムを用いたガスクロマトグラフィーによる成分分析を行ない、その際に局部的な入熱や発熱が生じた場合、その熱によって前記密閉空洞部6内の凝縮性流体8が蒸発するとともに、その蒸気が密閉空洞部6の内部を温度の低い箇所に向けて流れ、その低温部で放熱し、凝縮液化する。また液化した凝縮性流体8は前記狭幅部9によって生じる毛細管圧力により、蒸発の生じる箇所へ還流する。すなわち凝縮性流体8がその潜熱として熱輸送を行なう。このような熱輸送は各密閉空洞部6において温度差が生じ

熱輸送を行なうために、カラムとしての熱伝導性が良好となり、したがって分析の開始当初に恒温槽に入れた場合、直ちに全体の温度が所定の温度になり、安定した分析値を得ることができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図はこの発明の一実施例を表面蓋を取り外した状態で示す概略的な正面図、第2図は第1図のII-II線矢視拡大断面図、第3図は第2図のIII部の拡大図である。

1…基板、 2…分離管、 6…密閉空洞部、
8…凝縮性流体、 9…狭幅部。

出願人 藤倉電線株式会社

代理人 弁理士 豊田武久

(ほか1名)

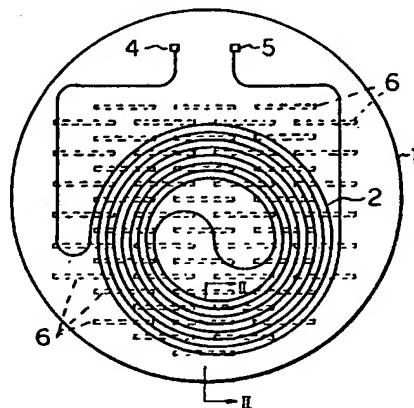
れば自動的に行なわれる所以、温度差を解消するよう作用し、その結果カラム全体が均熱化される。したがって前記分離管2の全体が均一温度になるので、試料の移動速度に熱影響が生じず、精度の良い分析が可能となる。

なお上記の実施例では、1枚のシリコンウェハーに分離管2および密閉空洞部6をそれぞれ形成したが、この発明は上記の実施例に限定されるものではなく、例えば分離管2を形成したシリコンウェハーと密閉空洞部6を形成したシリコンウェハーとを接着して両者を一体化した構成としてもよい。

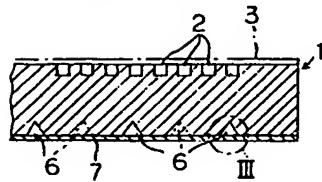
発明の効果

以上の説明から明らかなようにこの発明のカラムによれば、その内部に形成した密閉空洞部がヒートパイプとして作用するために、局部的な温度上昇を是正して全体を均温化することができ、したがって分離管の内部を流れる試料が熱影響を受けないので精度の良い分析を行なうことができ、また密閉空洞部内で凝縮性流体がその潜熱として

第1図



第2図



第3図

